

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-273131

(43)Date of publication of application : 24.09.2002

(51)Int.Cl.

B01D 39/20  
B01D 39/00  
F01N 3/02

(21)Application number : 2001-082773

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 22.03.2001

(72)Inventor : TAOKA NORIYUKI  
YOSHIDA YUTAKA  
ONO KAZUSHIGE

(54) HONEYCOMB FILTER AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a honeycomb filter not generating warpage in a porous silicon carbide member even if the voids of the porous silicon carbide member are made high, excellent in particulate collection efficiency and with reduced pressure loss.

SOLUTION: The honeycomb filter comprises a ceramic block formed by bundling a plurality of porous silicon carbide members, wherein a large number of through-holes are parallelly arranged longitudinally through partition walls, through an adhesive layer and is constituted so that the partition walls partitioning the through-holes function as particle collecting filters. In this honeycomb filter, the standard deviation „ of the void size distribution of the porous silicon carbide members is not more than 0.2.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-273131  
(P2002-273131A)

(43) 公開日 平成14年9月24日 (2002.9.24)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-リ-ト (参考)
B 0 1 D 39/20	Z A B	B 0 1 D 39/20	Z A B D 3 G 0 9 0
39/00		39/00	B 4 D 0 1 9
F 0 1 N 3/02	S 0 1	F 0 1 N 3/02	3 0 1 C

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-82773(P2001-82773)

(22) 出願日 平成13年3月22日 (2001.3.22)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 発明者 田岡 紀之

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデ  
ン株式会社大垣北工場内

(72) 発明者 吉田 豊

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデ  
ン株式会社大垣北工場内

(74) 代理人 100086586

弁理士 安富 康男 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ハニカムフィルタ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 多孔質炭化珪素部材の気孔率を高くしても、該多孔質炭化珪素部材に反りが発生することがなく、パティキュレート捕集効率に優れるとともに、圧力損失の少ないハニカムフィルタを提供する。

【解決手段】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質炭化珪素部材が接着層を介して複数個結束されてセラミックブロックを構成し、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたハニカムフィルタであって、上記多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であることを特徴とするハニカムフィルタ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質炭化珪素部材が接着層を介して複数個結束されてセラミックブロックを構成し、前記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたハニカムフィルタであって、前記多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であることを特徴とするハニカムフィルタ。

【請求項2】 炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを含む混合組成物からなり、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された炭化珪素成形体を作製する成形体作製工程と、前記炭化珪素成形体を脱脂する脱脂工程と、脱脂した前記炭化珪素成形体を焼成して多孔質炭化珪素部材を製造する焼成工程と、前記多孔質炭化珪素部材を複数個結束する組み立て工程とを含むハニカムフィルタの製造方法であって、前記成形体作製工程において、澱粉が含まれているバインダーを用いることを特徴とするハニカムフィルタの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、排気ガス中のパティキュレートを捕集するためのハニカムフィルタ及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含まれるパティキュレートが環境や人体に害を及ぼすことが問題となっている。そこで、この排気ガスを多孔質セラミックを通過させることにより、排気ガス中のパティキュレートを捕集して排気ガスを浄化するセラミックフィルタが種々提案されている。

【0003】 このようなセラミックフィルタとして、例えば、図1に示したような多孔質炭化珪素部材20が接着層14を介して複数個結束されて円柱状のセラミックブロック15を構成し、その外周にシール材層13が形成されたハニカムフィルタ10が使用されている。また、この多孔質炭化珪素部材20は、図2に示したように、長手方向に多数の貫通孔21が並設され、貫通孔21同士を隔てる隔壁23がフィルタとして機能するようになっている。

【0004】 即ち、多孔質炭化珪素部材20に形成された貫通孔21は、図2(b)に示したように、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材22により目封じされ、一の貫通孔21に流入した排気ガスは、必ず貫通孔21を隔てる隔壁23を通過した後、他の貫通孔21から流出するようになっており、排気ガスがこの隔壁23を通過する際、パティキュレートが隔壁23部分で捕捉され、排気ガスが浄化される。このよう\*

$$\sigma = (\log X_{\max} - \log X_{\min}) \times 1/6 \cdots (1)$$

【0013】 上記数式(1)中、 $X_{\max}$ とは、多孔質炭化珪素部材中に存在する気孔が形成する気孔径分布の

\* な多孔質炭化珪素部材20は、極めて耐熱性に優れ、再生処理等も容易であるため、種々の大型車両やディーゼルエンジン搭載車両等に使用されている。

【0005】 従来、このような多孔質炭化珪素部材を製造する際には、まず、炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを混合して成形体作製の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形等を行うことにより、炭化珪素成形体を作製する。

【0006】 次に、得られた炭化珪素成形体をヒーター等により乾燥させることで、炭化珪素成形体を、一定の強度を有し、取り扱い性に優れた乾燥体とする。

【0007】 この炭化珪素成形体の乾燥工程の後、炭化珪素成形体を酸素含有雰囲気下において、400～650℃に加熱し、有機バインダー成分中の溶剤を揮発させるとともに、樹脂成分を分解消失させる脱脂工程を行い、さらに、炭化珪素粉末を不活性ガス雰囲気下、2000～2200℃に加熱することにより焼結させる焼成工程を行うことで、多孔質炭化珪素部材を製造する。

【0008】 ここで、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率を向上させる方法として、例えば、有機バインダー中の樹脂成分(メチルセルロース等)の添加量を増やす方法が知られている。

【0009】 しかしながら、このような方法で多孔質炭化珪素部材の気孔率を向上させようとすると、メチルセルロースは水分を吸収しやすいものであったため、メチルセルロースの添加量の増加に伴って、上記混合組成物の水分含有量を増加させる必要があった。

【0010】 上記混合組成物の水分含有量が増加すると、炭化珪素成形体を乾燥させる際に蒸発する水分量が増加するため、乾燥工程を経た炭化珪素成形体の収縮率が大きくなり、製造する多孔質炭化珪素部材に反りが発生しやすいという問題があった。従って、メチルセルロースの添加量を余り多くすることができず、製造する多孔質炭化珪素部材の気孔率を向上させるには一定の限界があった。

【0011】 また、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率を向上させるその他の方法として、例えば、上記混合組成物中に、低沸点(400℃程度)の有機ビーズ等を添加する方法が知られている。このような方法で製造した多孔質炭化珪素部材の気孔径は、比較的大きなものとすることができるが、そのバラツキが大きく、気孔径を常用対数で表して気孔径分布を求めると、該気孔径分布はブロードなピークを示すものであった。即ち、上記常用対数で表した気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ は、0.2を超える大きなものであった。ここで、上記標準偏差 $\sigma$ とは、下記数式(1)で定義されるものである。

## 【0012】

50 炭化珪素部材中に存在する気孔が形成する気孔径分布の

ピークにおける最大の気孔径を表し、 $X_{min}$ とは、上記気孔径分布のピークにおける最小の気孔径を表す。なお、上記 $X_{max}$ 及び $X_{min}$ は、必ずしも、上記条件で測定された最も大きい気孔径及び最も小さい気孔径でなくてもよく、例えば、上記気孔径分布から、上下0.15%の範囲をカットした残りの範囲における最大の気孔径、及び、最小の気孔径であってもよい。

【0014】このように、多孔質炭化珪素部材の気孔径のバラツキが大きくなると、該多孔質炭化珪素部材を用いてハニカムフィルタを製造すると、気孔径が大きな部分ではパティキュレートが通り抜け、一方、気孔径が小さな部分では直ぐに目詰まりが発生してしまう。即ち、気孔径のバラツキが大きな多孔質炭化珪素部材を用いて製造したハニカムフィルタは、直ぐに圧力損失が高くなり、パティキュレートの捕集効率に劣るものであった。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、多孔質炭化珪素部材の気孔径率を高くしても、該多孔質炭化珪素部材に反りが発生することがなく、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないハニカムフィルタ、及び、その製造方法を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明のハニカムフィルタは、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質炭化珪素部材が接着層を介して複数個結束されてセラミックブロックを構成し、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたハニカムフィルタであって、上記多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であることを特徴とするものである。

【0017】また、本発明のハニカムフィルタの製造方法は、炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを含む混合組成物からなり、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された炭化珪素成形体を作製する成形体作製工程と、上記炭化珪素成形体を脱脂する脱脂工程と、脱脂した上記炭化珪素成形体を焼成して多孔質炭化珪素部材を製造する焼成工程と、上記多孔質炭化珪素部材を複数個結束する組み立て工程とを含むハニカムフィルタの製\*40

$$\sigma = (\log X_{max} - \log X_{min}) \times 1/6 \cdots (1)$$

【0023】上記数式(1)中、 $X_{max}$ とは、多孔質炭化珪素部材中に存在する気孔が形成する気孔径分布のピークにおける最大の気孔径を表し、 $X_{min}$ とは、上記気孔径分布のピークにおける最小の気孔径を表す。なお、上記 $X_{max}$ 及び $X_{min}$ は、必ずしも、上記条件で測定された最も大きい気孔径及び最も小さい気孔径でなくてもよく、例えば、上記気孔径分布から、上下0.15%の範囲をカットした残りの範囲における最大の気孔径、及び、最小の気孔径であってもよい。

\*造方法であって、上記成形体作製工程において、澱粉が含まれているバインダーを用いることを特徴とするものである。以下、本発明を詳細に説明する。

【0018】

【発明の実施の形態】まず、本発明のハニカムフィルタについて説明する。本発明のハニカムフィルタは、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質炭化珪素部材が接着層を介して複数個結束されてセラミックブロックを構成し、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたハニカムフィルタであって、上記多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であることを特徴とする。

【0019】本発明のハニカムフィルタの構造は、該ハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるほかは、図1に示したハニカムフィルタ10と略同様のものを挙げることで、以下の説明では、本発明のハニカムフィルタの構造は、図1に示したハニカムフィルタ10と同様のものとする。従って、ここでは、気孔径分布以外の点については、説明を省略することとする。ただし、本発明のハニカムフィルタの形状は、これに限定されるものではなく、例えば、楕円柱状や角柱状等任意の形状のものを挙げることで、以下の説明では、本発明のハニカムフィルタの構造は、図1及び図2を用いて説明した多孔質炭化珪素部材20と同様のものを挙げることで、以下の説明では、上記多孔質炭化珪素部材の構造は、図1及び図2を用いて説明した多孔質炭化珪素部材20と同様のものとする。従って、上記多孔質炭化珪素部材についても、気孔径分布以外の点については、説明を省略することとする。ただし、上記多孔質炭化珪素部材の形状も、これに限定されることはなく、例えば、円柱状、楕円柱状等任意の形状のものを挙げることで、以下の説明では、上記気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるとは、上記気孔径を常用対数で表して気孔径分布を求めた際、下記数式(1)で表される標準偏差 $\sigma$ の値が0.2以下であることを意味する。

【0020】また、上記多孔質炭化珪素部材の構造も、気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるほかは、図1及び図2を用いて説明した多孔質炭化珪素部材20と同様のものを挙げることで、以下の説明では、上記多孔質炭化珪素部材の構造は、図1及び図2を用いて説明した多孔質炭化珪素部材20と同様のものとする。従って、上記多孔質炭化珪素部材についても、気孔径分布以外の点については、説明を省略することとする。ただし、上記多孔質炭化珪素部材の形状も、これに限定されることはなく、例えば、円柱状、楕円柱状等任意の形状のものを挙げることで、以下の説明では、上記気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるとは、上記気孔径を常用対数で表して気孔径分布を求めた際、下記数式(1)で表される標準偏差 $\sigma$ の値が0.2以下であることを意味する。

【0021】上記気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるとは、上記気孔径を常用対数で表して気孔径分布を求めた際、下記数式(1)で表される標準偏差 $\sigma$ の値が0.2以下であることを意味する。

【0022】

【0024】即ち、本発明のハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下であるとは、上記気孔径分布のピークは非常にシャープなものであり、気孔径のバラツキが小さいということである。このような多孔質炭化珪素部材としては、例えば、最大気孔径が56 $\mu\text{m}$ 、最小気孔径が4 $\mu\text{m}$ (平均気孔径:30 $\mu\text{m}$ 、標準偏差 $\sigma$ :0.19)である多孔質炭化珪素部材が挙げられる。

【0025】上記標準偏差 $\sigma$ が0.2を超えると、多孔

質炭化珪素部材中の気孔径のバラツキが大きく、ハニカムフィルタの圧力損失が直ぐに高くなり、パティキュレート捕集効率が劣るものとなる。なお、このように多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ を0.2以下とする具体的な方法は、後述する本発明のハニカムフィルタの製造方法において詳述する。

【0026】本発明のハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材の平均気孔径は5~100 $\mu\text{m}$ であることが望ましい。平均気孔径が5 $\mu\text{m}$ 未満であると、パティキュレートが容易に目詰まりを起こす。一方、平均気孔径が100 $\mu\text{m}$ を超えると、パティキュレートが気孔を通り抜けてしまうため、該パティキュレートを捕集することができず、フィルタとして機能することができないことがある。なお、上記多孔質炭化珪素部材の気孔径は、例えば、水銀圧入法、走査型電子顕微鏡（SEM）による測定等、従来公知の方法により測定することができる。

【0027】また、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率は特に限定されないが、40~70%であることが望ましい。気孔率が40%未満であるとすぐに目詰まりが起こり、一方、気孔率が70%を超えると、多孔質炭化珪素部材の強度が低下して容易に破壊されることがある。なお、上記気孔率は、例えば、水銀圧入法、アルキメデス法及び走査型電子顕微鏡（SEM）による測定等、従来公知の方法により測定することができる。

【0028】また、本発明のハニカムフィルタでは、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率を従来の多孔質炭化珪素部材に比べて高いものとした場合であっても、該多孔質炭化珪素部材には殆ど反りが発生しない。これは、上記多孔質炭化珪素部材を製造する際の炭化珪素成形体の乾燥工程において、蒸発する水分量が従来に比べて少ないからであるが、詳しくは、後述する本発明のハニカムフィルタの製造方法において説明する。

【0029】上記多孔質炭化珪素部材は、平均粒径が2~150 $\mu\text{m}$ の炭化珪素結晶からなるものであることが望ましく、10~70 $\mu\text{m}$ がより望ましい。上記炭化珪素結晶の平均粒径が2 $\mu\text{m}$ 未満であると、多孔質炭化珪素部材の内部に存在する気孔の気孔径が小さくなりすぎ、直ぐに目詰まりを起こすため、フィルタとして機能することが困難となる。一方、上記炭化珪素結晶の平均粒径が150 $\mu\text{m}$ を超えると、その内部に存在する気孔の気孔径が大きくなりすぎ、多孔質炭化珪素部材の強度が低下してしまうおそれがある。また、所定の割合の開放気孔を有し、平均粒径が150 $\mu\text{m}$ を超えるような炭化珪素結晶を有する多孔質炭化珪素部材を製造すること自体が余り容易でない。

【0030】上記接着層を構成する材質としては特に限定されず、例えば、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなるもの等を挙げることができる。

【0031】上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらのなかでは、シリカゾルが好ましい。

【0032】上記有機バインダーとしては、例えば、親水性有機高分子が望ましく、特に多糖類が望ましい。具体的には、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。これらのなかでは、カルボキシメチルセルロースが好ましい。多孔質炭化珪素部材を組み上げ時の流動性を確保し、常温領域での優れた接着性を示すからである。

【0033】上記無機繊維としては、例えば、シリカ-アルミナセラミックファイバー、ムライトファイバー、アルミナファイバー及びシリカファイバー等を挙げることができる。このような無機繊維は、無機バインダーや有機バインダー等と絡み合うことで、接着層の接着強度を向上させることができる。

【0034】上記無機粒子としては、例えば、炭化物及び/又は窒化物の無機粒子であることが望ましく、例えば、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等が挙げられる。これらの炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、接着層の熱伝導率の向上に大きく寄与する。

【0035】また、接着層中には、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子のほかに、少量の水分や溶剤等を含んでいてもよいが、このような水分や溶剤当は、通常、接着剤ペーストを塗布した後の加熱等により殆ど飛散する。

【0036】また、本発明のハニカムフィルタの外周部にシール材層が形成されていてもよい。上記シール材層を構成する材料も特に限定されるものではないが、無機繊維、無機バインダー等の耐熱性の材料を含むものが好ましい。シール材層は、上述した接着層と同じ材料により構成されていてもよい。

【0037】上述した通り、本発明のハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ は0.2以下である。即ち、上記多孔質炭化珪素部材は、その内部に存在する気孔のバラツキが小さく、パティキュレートを捕集するのに好適な径を有する気孔が相対的に多数存在する多孔質炭化珪素部材とすることができる。従って、本発明のハニカムフィルタは、パティキュレートの捕集効率が非常に優れるとともに、圧力損失が少ないものとなる。また、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率を高くした場合であっても、該多孔質炭化珪素部材に反りが発生することがないため、本発明のハニカムフィルタは、気孔径のバラツキが小さく、かつ、高い気孔率を有するものとしてすることができる。

【0038】次に、本発明のセラミック成形体の作製方法について説明する。本発明のハニカムフィルタの製造方法は、炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを含む

混合組成物からなり、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された炭化珪素成形体を作製する成形体作製工程と、上記炭化珪素成形体を脱脂する脱脂工程と、脱脂した上記炭化珪素成形体を焼成して多孔質炭化珪素部材を製造する焼成工程と、上記多孔質炭化珪素部材を複数個結束する組み立て工程とを含むハニカムフィルタの製造方法であって、上記成形体作製工程において、澱粉が含まれているバインダーを用いることを特徴とするものである。

【0039】本発明のハニカムフィルタの製造方法の成形体作製工程では、澱粉が含まれているバインダーを用いる。

【0040】このような澱粉が含まれているバインダーを用いて製造した多孔質炭化珪素部材は、その気孔率を従来の多孔質炭化珪素部材に比べて高くしても、反り及び収縮が発生することが殆どない。これは、以下に挙げる理由によるものと考えられる。即ち、多孔質炭化珪素部材の気孔率を高くするために澱粉の添加量を増加しても、上記澱粉は分散媒液中の水分を殆ど吸収することがないため、上記分散媒液中の水分含有量を余り増加させる必要がない。従って、従来の技術において説明したメチルセルロースの添加量を増やす場合に比べて、炭化珪素成形体の水分含有量を少なくすることができ、炭化珪素成形体の乾燥工程等で水分を飛散、蒸発させても、蒸発する水分量が少ないため、炭化珪素成形体に反り等が発生することが殆どなく、製造する多孔質炭化珪素部材にも反り等が発生することが殆どないものと考えられる。

【0041】また、本発明のハニカムフィルタの製造方法によると、製造するハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材の気孔径のバラツキは小さなものとなる。具体的には、本発明のハニカムフィルタにおいて説明した気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下となる。

【0042】この理由は明確ではないが、以下の通りであるとえられる。即ち、上記澱粉は、炭化珪素成形体中に均一に分散しており、この炭化珪素成形体を脱脂して製造した炭化珪素脱脂体中には、上記澱粉が残炭として均一に分散した状態で残留していると考えられる。そして、次の焼成工程において、均一に残留した上記残炭が、炭化珪素粒子の焼結に影響を及ぼすことで、炭化珪素粒子は均一に焼結し、バラツキの小さな気孔径を有する多孔質炭化珪素部材を製造することができるのではないかとえられる。なお、上記残炭は、多孔質炭化珪素脱脂体の耐熱強度を向上させる役割も果たしているものと考えられる。このように、気孔径のバラツキが小さな多孔質炭化珪素部材からなるハニカムフィルタは、本発明のハニカムフィルタにおいて説明した通り、パティキュレートを集めるのに好適な径を有する気孔数を相対的に多数存在するものとすることができ、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないものとなる。

のとなる。

【0043】本発明のハニカムフィルタの製造方法では、初めに、炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを含む混合組成物かなり、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された、炭化珪素成形体を作製する成形体作製工程を行う。

【0044】この工程においては、炭化珪素粉末とバインダーと分散媒液とを混合して成形体作製用の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形を行うことにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された成形体を作製し、この成形体を所定の長さに切断する。そして、この成形体を乾燥させることにより分散媒液を蒸発させ、炭化珪素粉末と樹脂（バインダー）とを含む炭化珪素成形体を作製する。なお、この炭化珪素成形体には、少量の分散媒液が含まれていてもよい。

【0045】本発明のハニカムフィルタの製造方法において、上記バインダーには澱粉が含まれている。上記澱粉としては特に限定されるものではなく、例えば、米、麦、とうもろこし等の穀類、豆類、ジャガイモ、タロイモ、タビオカ等の芋類、バナナ等の果実類等から分離抽出されたものが挙げられる。これらの澱粉は、1種のみを使用してもよく、2種以上を併用してもよい。

【0046】また、上記澱粉は、上記バインダー中に10～70重量%含まれていることが望ましい。上記澱粉の配合量が10重量%未満であると、高い気孔率を有するとともに、気孔径のバラツキが小さな多孔質炭化珪素部材を製造することができないことがある。一方、上記澱粉の配合量が70重量%を超えると、上記混合組成物が硬くなり、成形が困難となることがある。

【0047】上記澱粉以外のバインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。また、上記澱粉を含む上記バインダーの配合量は、通常、上記炭化珪素粉末100重量部に対して、1から10重量部程度が好ましい。

【0048】上記分散媒液としては特に限定されず、例えば、ベンゼン等の有機溶媒；メタノール等のアルコール、水等を挙げることができる。上記分散媒液は、上記炭化珪素粉末、バインダー等の粘度が一定範囲内となるように、適量配合される。

【0049】また、上記炭化珪素粉末、バインダー及び澱粉分散媒液とともに、分散剤が含まれていてもよい。上記分散剤としては特に限定されず、例えば、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリス（2-クロロエチル）ホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジル・ジフェニルホスフェート等のリン酸エステル系化合物等を挙げることができる。また、この分散剤は、炭化珪素粒子100重量部に対して0.1～5

重量部添加されることが望ましい。

【0050】上記炭化珪素粉末の粒径は特に限定されるものではないが、後の焼成工程で収縮の少ないものが好ましく、例えば、0.3～50 $\mu$ m程度の平均粒径を有する粉末100重量部と0.1～2.0 $\mu$ m程度の平均粒径を有する粉末5～65重量部とを組み合わせたものが好ましい。

【0051】上記混合組成物は、上記炭化珪素粉末、澱粉、バインダー及び分散媒液等を、アトライター等で混合した後、ニーダー等で十分に混練することで調製することができる。このようにして調製した混合組成物を押出成形することにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された炭化珪素成形体を作製する。なお、この炭化珪素成形体の形状としては特に限定されず、例えば、角柱状、円柱状及び楕円柱状等任意の形状のものを挙げることができる。

【0052】次に、マイクロ波や熱風等を利用した乾燥手段を用いて、上記炭化珪素成形体の内部に存在する水分を飛散、蒸発させて炭化珪素成形体の乾燥体とする。なお、上述した通り、上記炭化珪素成形体の乾燥体に反りが発生することはない。

【0053】そして、この炭化珪素成形体の乾燥体の貫通孔に充填ペーストを用いて封口パターン状に封口する工程を行う。この際には、炭化珪素成形体の貫通孔に、封口パターン状に開孔が形成されたマスクを当接し、充填ペーストを上記マスクの開孔から上記貫通孔に侵入させることにより、充填ペーストで一部の貫通孔を封口する。

【0054】上記充填ペーストとしては、炭化珪素成形体を作製する際に使用した混合組成物と同様のものか、又は、上記混合組成物にさらに分散媒を添加したものが好ましい。

【0055】続いて、上記封口ペーストで封口された炭化珪素成形体の脱脂を行う。上記炭化珪素成形体の脱脂工程は、通常、炭化珪素成形体を脱脂用治具に載置した後、脱脂炉に搬入し、酸素含有雰囲気下、400～650℃に加熱することにより行う。これにより、上記バインダー等の大部分が揮散するとともに、分解、消失する。なお、上述した通り、この炭化珪素成形体の脱脂工程で製造された炭化珪素脱脂体には上記澱粉が残炭として残留しているが、その残炭率は、0.15～1.0%であることが望ましい。良好な耐熱強度を有するとともに、製造する多孔質炭化珪素部材の気孔径のバラツキが小さなものとなるからである。

【0056】次に、上記炭化珪素脱脂体の焼成を行う。この焼成工程では、窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下、2000～2200℃で脱脂した炭化珪素成形体を加熱し、炭化珪素粒子を焼結させることにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質炭化珪素部材を製造することができる。このようにして製

造した多孔質炭化珪素部材の気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ は、0.2以下であり、上記気孔径のバラツキは小さなものとなる。

【0057】次に、上記多孔質炭化珪素部材を複数個結束する組み立て工程を行う。上記組み立て工程においては、通常、図3に示したように、断面がV字形状に構成された台30の上に載置した多孔質炭化珪素部材20の上側を向いた2つの側面20a、20bに、本発明のハニカムフィルタにおいて説明した接着層と同様の組成からなる接着剤ペーストを、例えば、刷毛、スキージ、ロール等を用いて、多孔質炭化珪素部材20の側面20a、20bの略全面に印刷し、所定の厚さの接着剤ペースト層31を形成してから、他の多孔質炭化珪素部材20を積層する工程を繰り返して行い、所定の大きさの角柱状の炭化珪素積層体を作製する。なお、上記炭化珪素積層体の形状は特に限定されず、例えば、角柱状、円柱状、楕円柱状等任意の形状のものであってよい。

【0058】次に、このようにして作製した炭化珪素積層体を、例えば、50～150℃、1時間の条件で加熱して接着剤ペースト層31を乾燥、硬化させ、接着層を形成し、この炭化珪素積層体を、その長手方向に切断してセラミックブロックを作製した後、該セラミックブロックの外周に、本発明のハニカムフィルタにおいて説明したシール材層を形成することによりハニカムフィルタの製造を終了する。

【0059】このように本発明のハニカムフィルタの製造方法によれば、気孔径分布の標準偏差 $\sigma$ が0.2以下の多孔質炭化珪素部材を良好に製造することができる。従って、その内部に存在する気孔径のバラツキが小さいため、その気孔径がパティキュレートの好適な捕集範囲内である気孔の数を相対的に多くすることができ、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないハニカムフィルタを良好に製造することができる。また、上記多孔質炭化珪素部材の気孔率を従来の多孔質炭化珪素部材に比べて高くなるように製造しても、多孔質炭化珪素部材に反りが発生することがなく、高い気孔率を有するハニカムフィルタを良好に製造することができる。

【0060】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0061】実施例1

平均粒径50 $\mu$ mの $\alpha$ 型炭化珪素粉末80重量部、平均粒径1.5 $\mu$ mの $\beta$ 型炭化珪素粉末10重量部、バインダー9重量部（内メチルセルロース65重量%、馬鈴薯澱粉35重量%）、ポリオキシエチレンモノブチルエーテルからなる分散剤（日本油脂社製、商品名：ユニループ）4.5重量部、グリセリンからなる溶媒2重量部、水21重量部を配合した後、ボールミル中にて5時間混

合することにより、均一な混合組成物を調製した。

【0062】この混合組成物を押出成形装置に充填し、押出速度2cm/分にて、図1に示した多孔質炭化珪素部材20のような角柱形状からなる炭化珪素成形体を作製した。この炭化珪素成形体は、その大きさが33mm×33mm×300mmで、貫通孔の数が31個/cm<sup>2</sup>、隔壁の厚さが0.35mmであった。

【0063】次に、上記炭化珪素成形体の乾燥を行った。このときの収縮率は6%であった。その後、ET-10（イビデン社製）からなるセラミック焼成用治具に多孔質成形体の乾燥体を載置して、5%の酸素濃度を有する空気と窒素との混合ガス雰囲気下、450℃で加熱することにより脱脂工程を行った。なお、このときの残\*

$$\sigma = (\log X_{\max} - \log X_{\min}) \times 1/6 \cdots (1)$$

【0067】なお、上記数式(1)中、X<sub>max</sub>及びX<sub>min</sub>は、上記気孔径分布から、上下0.15%の範囲をカットした残りの範囲における最大の気孔径、及び、最小の気孔径を表す。

【0068】その結果、実施例1に係る多孔質炭化珪素部材の標準偏差σは、0.18であり、その平均気孔径は30μmであった。また、上記多孔質炭化珪素部材に反りは殆ど発生していなかった。

【0069】また、この実施例1に係る多孔質炭化珪素部材を用いて、上記実施の形態において説明した方法により、図1に示したようなハニカムフィルタを作製した。そして、このハニカムフィルタを背圧センサとともに、エンジンの排気ガス排出通路に設けたケーシング内に設置し、上記エンジンを無負荷状態で、最高の回転数の60%の回転数で8時間運転し、背圧センサにより背圧を測定したところ、20kPaの値を示した。このとき、上記ハニカムフィルタには、パティキュレートが25g堆積しており、目詰まりを起こしている気孔は殆どなく、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないものであった。

#### 【0070】比較例1

メチルセルローズのみからなるバインダーを14重量部使用したほかは、実施例1と同様にして多孔質炭化珪素部材を製造した。なお、炭化珪素成形体を乾燥した際の収縮率は13%、炭化珪素脱脂体の残炭率は0.2%であり、製造した多孔質炭化珪素部材の気孔率は60%であった。

【0071】そして、実施例1に係る多孔質炭化珪素部材と同様にして、気孔径分布の標準偏差σを算出したところ0.25であり、その平均気孔径は20μmであった。また、上記多孔質炭化珪素部材には僅かに反りが発生しているものがあった。

【0072】また、実施例1と同様にして、この比較例

\*炭率は、1%であった。

【0064】そして、上記脱脂された炭化珪素成形体をセラミック焼成用治具に載置したまま、焼成装置に搬入し、2200℃に加熱することにより炭化珪素成形体の焼成を行い、図1及び図2に示したような多孔質炭化珪素部材を製造した。なお、製造した多孔質炭化珪素部材の気孔率は60%であった。

【0065】このようにして製造した多孔質炭化珪素部材について、走査型電子顕微鏡（SEM）で気孔径を測定し、この気孔径を常用対数で表して気孔径分布及びそのバラツキを求めた。なお、上記気孔径のバラツキは、下記数式(1)で定義される標準偏差σで評価した。

【0066】

1に係る多孔質炭化珪素部材を用いて、図1に示したようなハニカムフィルタを製造し、実施例1と同様ようにしてパティキュレートの捕集試験を行ったところ、8時間後の背圧は35kPaであり、パティキュレートの捕集量は、30gであり、気孔径の小さな気孔部分において目詰まりを起こしており、圧力損失の上昇を招いた。

【0073】

【発明の効果】本発明のハニカムフィルタは、上記のように構成されているので、多孔質炭化珪素部材の気孔径のバラツキが小さく、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないものとなる。

【0074】また、本発明のハニカムフィルタの作製方法は、上記の通りであるので、多孔質炭化珪素部材の気孔径のバラツキが小さく、パティキュレートの捕集効率に優れるとともに、圧力損失が少ないハニカムフィルタを良好に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のハニカムフィルタの一実施形態を模式的に示した斜視図である。

【図2】(a)は、図1に示したハニカムフィルタを構成する多孔質炭化珪素部材を模式的に示した斜視図であり、(b)は、そのA-A線断面図である。

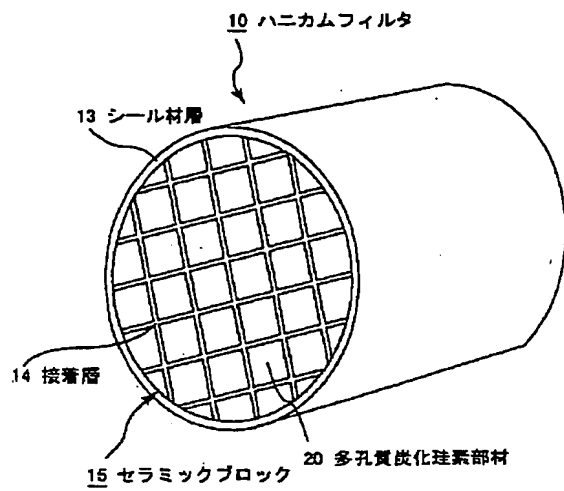
【図3】本発明のハニカムフィルタを製造する様子を模式的に示した説明図である。

【符号の説明】

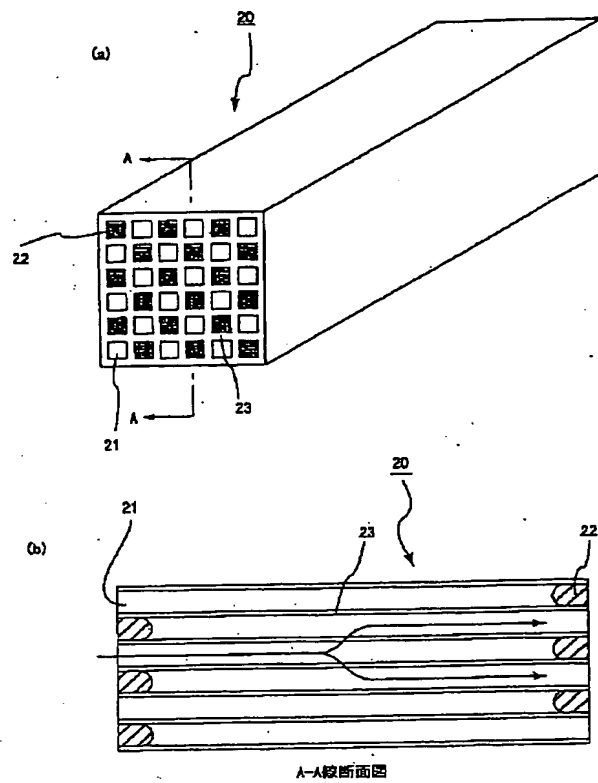
- 10 ハニカムフィルタ
- 20 多孔質炭化珪素部材
- 21 貫通孔
- 22 充填材
- 23 隔壁
- 30 台
- 31 接着層



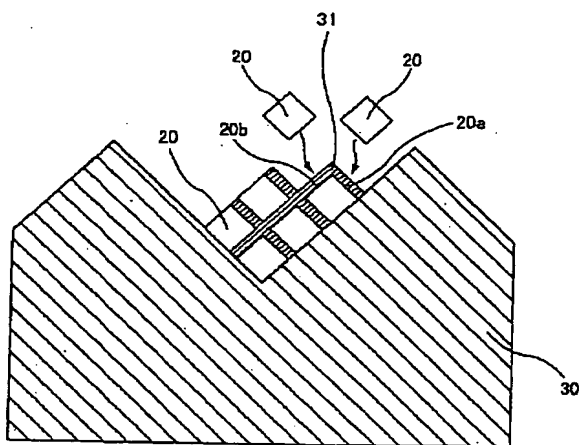
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 大野 一茂

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデ  
ン株式会社大垣北工場内

Fターム(参考) 3G090 AA02

4D019 AA01 BA05 BB06 BC12 BD01  
CA01 CB04 CB06